



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 39978—2021

---

## 纳米技术 碳纳米管粉体电阻率 四探针法

Nanotechnology—Resistivity of carbon nanotube powder—  
Four probe method

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

---

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

目 次

前言 ..... I

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 原理 ..... 2

5 仪器与试计 ..... 3

    5.1 天平 ..... 3

    5.2 粉末压片机 ..... 3

    5.3 四探针电阻率测试仪 ..... 3

    5.4 干燥烘箱 ..... 3

    5.5 螺旋测微仪 ..... 3

    5.6 试剂 ..... 3

6 环境要求 ..... 3

7 取样与试样制备 ..... 3

    7.1 取样 ..... 3

    7.2 试样预处理 ..... 5

    7.3 试样制备 ..... 5

8 测试步骤 ..... 5

9 结果分析 ..... 5

    9.1 测试结果 ..... 5

    9.2 不确定度来源分析 ..... 6

10 测试报告..... 6

附录 A（资料性附录） 实例分析 ..... 7

附录 B（资料性附录） 测试报告 ..... 10

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会纳米材料分技术委员会(SAC/TC 279/SC 1)归口。

本标准起草单位:深圳市德方纳米科技股份有限公司、深圳市标准技术研究院、佛山市德方纳米科技有限公司、冶金工业信息标准研究院、国家纳米科学中心、北京市理化分析测试中心、北京粉体技术协会。

本标准主要起草人:尚伟丽、孔令涌、张瑞芳、王远航、孙言、邱志平、蔡亚琪、王益群、任诚、栾燕、高洁、王孝平、高原、周素红、李倩。

# 纳米技术 碳纳米管粉体电阻率 四探针法

## 1 范围

本标准规定了碳纳米管粉体压制成厚块的电阻率的四探针测试方法。

本标准适用于采用四探针法测试试样厚度大于 4 倍探针间距的碳纳米管粉体电阻率的样品。其他碳材料的粉体电阻率测试可参考执行。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 5314—2011 粉末冶金用粉末 取样方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 508 四探针电阻率测试仪

SJ/T 10315 四探针探头通用技术条件



## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**体积电阻率 volume resistivity**

在给定的时间及电压下,直流电场强度与材料内部电流密度之比。

注 1: 在实际中,体积电阻率通常被视为单位体积内的体积电阻。

注 2: 体积电阻率的单位用  $\Omega \cdot m$  表示。实际上由于碳纳米管粉体电阻率较小,可使用  $m\Omega \cdot cm$  或  $\Omega \cdot cm$ 。

注 3: 改写 GB/T 31838.2—2019,定义 3.2。

### 3.2

**粉体电阻率 powder resistivity**

粉末材料的体积电阻率。

注: 其影响因素主要来源于本征电阻和接触电阻,忽略位垒电阻。

### 3.3

**批 lot**

同一条件下生产或处理的粉末数量。

[GB/T 5314—2011,定义 2.1]

### 3.4

**份样 increment**

用取样装置从一批粉末中一次所取得的粉末。

[GB/T 5314—2011,定义 2.2]

### 3.5

**总样 gross sample**

由一批粉中取出的所有份样组成,其粉末数量应够试验用。

[GB/T 5314—2011, 定义 2.3]

## 3.6

**混合样 composite sample**

经过充分混合的全部总样或其中的一部分。

注 1：可以选择对整批缩分获得。

注 2：改写 GB/T 5314—2011, 定义 2.4。

## 3.7

**试样 test sample**

为了测定某项性能或制备试件,从混合样中取出的粉末。

注：通常是从混合样缩分取得。

[GB/T 5314—2011, 定义 2.5]

## 4 原理

四根等距探针竖直地排成一排(见图 1),同时施加适当的压力让其压在试样的表面上以形成欧姆接触,试样相对探针距离可理想地视为无限大,利用恒流源给两个外探针 1、探针 4 通以小电流,电流值  $I$  由被测试样的电阻率范围值确定,然后用高输入阻抗精准电压表测量两个中间探针 2、探针 3 上的电压降  $U$ 。根据厚块原理和薄层原理推导的理论公式(1)可计算出试样的电阻率。

$$\rho = 2\pi l \frac{U}{I} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

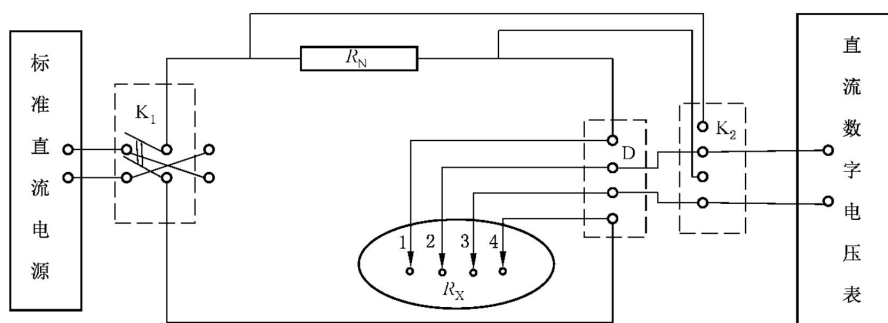
$\rho$  ——电阻率,单位为毫欧厘米( $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ );

$\pi$  ——圆周率,此处取值 3.14;

$l$  ——探针间距,单位为厘米(cm);

$U$  ——电位差,单位为毫伏(mV);

$I$  ——电流,单位为毫安(mA)。



说明：

$K_1$  ——换向开关；

$K_2$  ——无热电势开关；

$R_N$  ——标准电阻；

$D$  ——探针接线；

$R_X$  ——被检试样电阻；

1, 2, 3, 4 ——等距探针。

图 1 四探针法测量原理图

## 5 仪器与试剂

### 5.1 天平

光电分析天平或电子天平,精度应不小于 0.1 g。

### 5.2 粉末压片机

粉末压片机应包含以下两部分:

- a) 模具:模具内腔直径应不小于 11 倍探针间距,允许偏差应不大于 0.02 mm,散装粉末高度应不小于四倍探针间距;
- b) 压片机:压片机活塞直径应不小于模具底座直径,应能施加足够压力且精度达到 1%。

### 5.3 四探针电阻率测试仪

5.3.1 仪器主要由电气部分和探头部分组成。电气部分一般包括可调稳流源、A/D 转换器、数字显示器、换向开关等仪器和部件。探头部分一般包括探头夹具、探头和测试台,探头的技术指标应符合 SJ/T 10315 的规定。

5.3.2 探针的间距宜为  $1\text{ mm} \pm 0.01\text{ mm}$ ,针间绝缘电阻不小于  $1\ 000\text{ M}\Omega$ ,机械游移率不大于 0.3%。

5.3.3 四探针电阻率测试仪的检定按照 JJG 508 中的要求进行。

### 5.4 干燥烘箱

温度可控制在  $0\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,控温精度为  $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

### 5.5 螺旋测微仪

精度应不小于 0.01 mm。

### 5.6 试剂

无水乙醇,纯度为 99% 以上。



## 6 环境要求

温度  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,相对湿度应不大于 65%。

## 7 取样与试样制备

### 7.1 取样

#### 7.1.1 总则

所取样组成的混合样应尽可能精确地代表该批粉末。与粉末接触的取样器所有表面都应光滑和清洁。取样过程中应不改变粉末的性能。

注:当一批粉末处于运动状态时,例如在装料、出料、运输以及贮存时,容器会受到震动,可能出现混合不匀。

## 7.1.2 份样数目

### 7.1.2.1 在连续流出料时取样

如果整批粉末通过一个开口连续流动出料,则可以在出料时取样。这时,应在整个出料期间,按一定间隔取样。份样数目取决于要求的精确度。应至少取三份份样,一份在出料开始后取,一份在出料过程中间取,一份在出料结束前取。

### 7.1.2.2 从装在容器内的粉末中取样

除非另有协议,当从装在容器内的粉末批取样时,应按表 1 的规定随机抽取。从每一个抽出容器中取出一份或多份的份样,组成总样。如果在一批中包含装有不同数量粉末的容器时,所选的容器应在该批中有代表性,由每一个抽选出的容器中所取份样的数量,应与容器的装粉量成比例。

表 1 取样容器数目选择表

一批中的装粉容器数目	取样容器数目
1~5	全部
6~11	5
12~20	6
21~35	7
36~60	8
61~99	9
100~149	10
150~199	11
200~299	12
300~399	13
以后每增加 100 个或不到 100 个装粉容器,应增加一个取样容器。	

## 7.1.3 取样过程

### 7.1.3.1 在连续流出料时取样

在垂直于粉流方向上的取样容器的尺寸,应比粉流截面尺寸大出足够的余量。以防取样过程中的粉末溢出。取样容器送入和撤出粉流时,应使各部分粉末流入容器的机会均等。取得的总样应以 15 r/min~30 r/min 的转速旋转 10 圈~15 圈,获得混合样。

注:最简单的方法是使具有矩形截面的取样器等速横穿粉末流。

### 7.1.3.2 从装在容器内的粉末中取样

可用不同形式的取样器从装在容器内的粉末中取样,取样器的长度以能从容器的各个深度取出粉末为宜。取得的总样应以 15 r/min~30 r/min 的转速旋转 10 圈~15 圈,获得混合样。

### 7.1.3.3 整批缩分取样

对整批粉末的缩分取样可按 GB/T 5314—2011 中 4.3 的规定进行。

7.2 试样预处理

将混合样置于干燥烘箱内 105 ℃干燥 2 h,之后转移至干燥器内自然冷却。

7.3 试样制备

- 7.3.1 用无尘纸或脱脂棉沾适量的无水乙醇清洁模具。
- 7.3.2 根据所选模具大小称取一定质量的混合样,转移至模具中,确保混合样均匀分布在模具中。压完后试样厚度应大于四倍探针间距。
- 7.3.3 将模具轻放于压片机中央,按压片机操作说明,增加压力至设定值(设定值与样品类型有关,推荐压力大小为 10 MPa~20 MPa),在此压力下保持 0.5 min~1 min,随后缓慢释放压力,取出试样。
- 7.3.4 观察并记录试样的厚度,如果试样表面平整、厚度均匀且大于四倍探针间距,则可直接进行电阻率测试,否则需重新取样压片。

8 测试步骤

- 8.1 四探针电阻率测试仪开机后预热 30 min。
- 8.2 打开四探针测试软件,选择测试类型为“棒材/厚块电阻率”,根据材料评估电阻率范围,选择合适的电流量程,见表 2。

表 2 不同电阻率试样电流量程选择表

序号	电阻率/(Ω·cm)	电流量程/mA
1	<0.01	≤100
2	0.01~1	≤10
3	1~30	≤1
4	30~100	≤0.1
5	100~3 000	≤1×10 <sup>-2</sup>
6	>3 000	≤1×10 <sup>-6</sup>
如无法估计试样电阻率的范围,则可以“1×10 <sup>-2</sup> mA”量程进行测试,再以该测试值作为估计值选择电流量程。		

- 8.3 将 7.3 中制备好的试样放置于测试台中央位置,将探针下降到试样表面中心位置,至主机有电流显示。
- 8.4 根据测试软件上给出的电流值,在设备主机上旋转调节旋钮调节电流,使其与测试软件显示的电流值相同。按“测试”按钮,测出试样的电阻率值。
- 8.5 以试样表面分别旋转约 30°~90°更换测试点,重复 8.3 和 8.4,测试次数 *n* 不小于 5 次。求试样 *n* 次测试结果的平均值。若相对标准偏差(Relative Standard Deviation,RSD)大于 5%,应重新压片测试。按照 GB/T 8170 的要求,所得结果修约到一位小数。
- 8.6 测试完毕后,用无尘纸或脱脂棉沾适量无水乙醇将探针擦拭干净。

9 结果分析

9.1 测试结果

- 9.1.1 试样电阻率的测试结果可通过公式(2)求得:



$$\bar{\rho} = \frac{\sum_{i=1}^n \rho_i}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\bar{\rho}$  ——平均电阻率,单位为毫欧厘米( $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ );

$\rho_i$  ——第  $i$  次测试的电阻率,单位为毫欧厘米( $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ );

$n$  ——总测试次数。

9.1.2 标准偏差(Standard Deviation,SD)可通过公式(3)求得:

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \bar{\rho})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

SD ——标准偏差,单位为毫欧厘米( $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ );

$n$  ——总测试次数;

$\bar{\rho}$  ——平均电阻率,单位为毫欧厘米( $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ );

$\rho_i$  ——第  $i$  次测试的电阻率,单位为毫欧厘米( $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ )。

9.1.3 相对标准偏差(RSD)可通过公式(4)求得:

$$\text{RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{\rho}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

RSD ——相对标准偏差;

SD ——标准偏差,单位为毫欧厘米( $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ );

$\bar{\rho}$  ——平均电阻率,单位为毫欧厘米( $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ )。

注:实例分析可参见附录 A。

## 9.2 不确定度来源分析

不确定度包含但不限于以下来源:

- a) 仪器测量精度引入的不确定度;
- b) 测量重复性引入的不确定度;
- c) 样品均匀性引入的不确定度。

## 10 测试报告

报告内容包含但不限于以下信息:

- a) 依据标准编号;
- b) 样品名称;
- c) 实验人员及测试日期;
- d) 测试环境,包括温度、湿度;
- e) 测试所用仪器以及型号;
- f) 试样制备条件,包括模具直径、样品用量、压力大小、保压时间等;
- g) 测试结果;
- h) 观察到的异常现象。

注:测试报告示例可参见附录 B。

附 录 A  
(资料性附录)  
实例分析

A.1 碳纳米管样品

商业化碳纳米管样品。

A.2 仪器与试剂

A.2.1 天平

电子天平,精度为 0.1 g。

A.2.2 粉末压片机



按照 5.2 选择合适的模具和压片机,本实例选取的模具内腔直径为 13 mm,底座直径为 50 mm,压片机压力范围为 0 MPa~40 MPa,活塞直径为 90 mm。

A.2.3 四探针电阻率测试仪

按照 5.3 选择合适的四探针电阻率测试仪,探针的间距为 1 mm±0.01 mm。

A.2.4 干燥烘箱

电热恒温鼓风干燥箱。

A.2.5 螺旋测微仪

精度为 0.01 mm。

A.2.6 无水乙醇

纯度为 99%。

A.3 测试环境

温度 23 ℃,相对湿度 60%。

A.4 取样与试样制备

A.4.1 取样

按照 7.1.2.2 和 7.1.3.2,用取样器从一袋碳纳米管粉末中随机抽取三份份样以组成总样,取得的总样以 30 r/min 的转速旋转 15 圈,获得混合样。

A.4.2 试样预处理

按照 7.2 对混合样进行预处理。

### A.4.3 试样制备

试样制备步骤如下：

- 取出模具并用脱脂棉沾适量的无水乙醇清洁；
- 用电子天平称取 0.3 g 预处理后的混合样转移至模具中，混合样均匀分布在模具中；
- 按照 7.3.3 进行压片，增加压力至 10 MPa，压力保持 0.5 min，随后缓慢释放压力，取出试样 A；
- 按照 7.3.4 观察并记录试样 A 的厚度。

### A.5 测试步骤

测试步骤如下：

- 四探针电阻率测试仪开机预热 30 min 后，进行测量；
- 打开四探针测试软件，选择测试类型为“棒材/厚块电阻率”，修改探针系数为 6.28，根据材料评估电阻率范围，选择电流量程为 100 mA；
- 将 A.4.3 中制备好的试样 A 放置于测试台中央位置，将探针下降到试样 A 表面中心位置，至主机有电流显示；
- 根据测试软件上给出的电流值，在设备主机上旋转调节旋钮调节电流，使其与测试软件显示的电流值相同。按“测试”按钮，测出试样 A 的电阻率  $\rho_1$ ；
- 以试样 A 表面分别旋转  $30^\circ \sim 90^\circ$  更换测试点，重复 c) 和 d) 的测试步骤，测出试样 A 的电阻率  $\rho_2, \rho_3, \rho_4, \rho_5$ ；
- 测试完毕后，用脱脂棉沾适量无水乙醇将探针擦拭干净。

### A.6 测试结果

A.6.1 表 A.1 显示了试样 A 在压片制样后所测得的电阻率值，根据公式(2)计算试样 A 的平均电阻率：

$$\bar{\rho} = \frac{\sum_{i=1}^5 \rho_i}{5} = \frac{\rho_1 + \rho_2 + \rho_3 + \rho_4 + \rho_5}{5} = \frac{110.9 + 109.5 + 104.8 + 108.3 + 101.9}{5} = 107.1 (\text{m}\Omega \cdot \text{cm})$$

A.6.2 根据公式(3)计算标准偏差：

$$\begin{aligned} \text{SD} &= \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (\rho_i - \bar{\rho})^2}{5 - 1}} = \sqrt{\frac{(\rho_5 - \bar{\rho})^2 + (\rho_4 - \bar{\rho})^2 + (\rho_3 - \bar{\rho})^2 + (\rho_2 - \bar{\rho})^2 + (\rho_1 - \bar{\rho})^2}{4}} \\ &= \sqrt{\frac{(101.9 - 107.1)^2 + (108.3 - 107.1)^2 + (104.8 - 107.1)^2 + (109.5 - 107.1)^2 + (110.9 - 107.1)^2}{4}} \\ &= 3.7 (\text{m}\Omega \cdot \text{cm}) \end{aligned}$$

A.6.3 根据公式(4)计算相对标准偏差：

$$\text{RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{\rho}} \times 100\% = \frac{3.7}{107.1} \times 100\% = 3.4\%$$

表 A.1 试样 A 粉体电阻率测试结果及一致性分析

序号	试样名称	样品质量/g	试样厚度/mm	电阻率/(mΩ·cm)			电阻率相对标准偏差 RSD/%	试样状态
				测试结果	平均值	标准偏差 SD		
1	试样 A	0.3	4.64	110.9	107.1	3.7	3.4	表面平整 厚度均匀
2				109.5				
3				104.8				
4				108.3				
5				101.9				



附 录 B  
(资料性附录)  
测试报告

表 B.1 给出了碳纳米管样品粉体电阻率测试报告。

表 B.1 碳纳米管样品粉体电阻率测试报告

依据标准编号		样品名称	
测试仪器及型号			
天平： 压片机： 模具内腔直径： 四探针电阻率测试仪： 干燥烘箱： 螺旋测微仪：			
测试条件			
干燥温度/℃		环境温度/℃	
干燥时间/h		试样质量/g	
环境相对湿度/%		保压时间/min	
压力大小/MPa			
测试结果			
观察到的异常现象			
测试人		测试单位(公章)	
测试日期			
测试单位地址		测试单位联系电话	